

BD

D8



(19)

(11) Publication number:

0125034

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 63203122

(51) Intl. Cl.: C07D207/448

(22) Application date: 17.08.88

(30) Priority: 28.12.87 JP 62329529

(43) Date of application publication: 05.10.89 EP 0325244

(84) Designated contracting states:

(71) Applicant: NIPPON SHOKUBAI KAGAKU
KOGYO CO LTD(72) Inventor: KITA YUICHI
KISHINO KAZUO
NAKAGAWA SHOICHI
SAKAMOTO KENTARO

(74) Representative:

**(54) TRANSPORTATION AND
STORAGE OF MALEIMIDES
SOLUTION IN
ACRYLONITRILE**

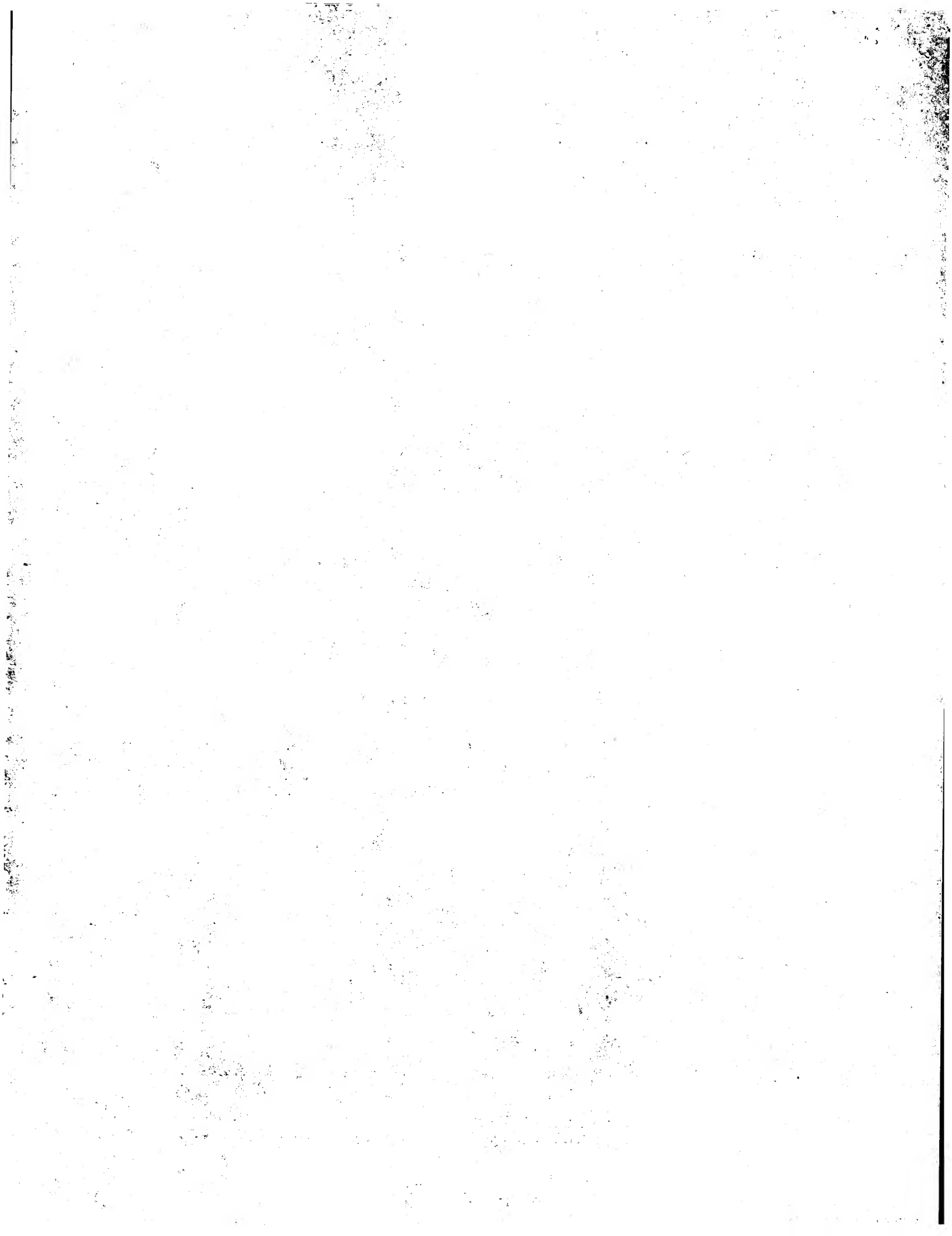
(57) Abstract:

PURPOSE: To safely and simply transport and store the title solution with easy handling by specifying the amount of acid in an acrylonitrile solution containing maleimides and adding a polymerization inhibitor and a compound of a specific molecular weight to it.

CONSTITUTION: The content of the acid components such as an acid catalyst in an acrylonitrile solution containing maleimides, which is used as a starting substance of resins, medicines and agrochemicals, is adjusted to less than 0.3wt.% based on the maleimides, by distillation or the like. Further, a polymerization inhibitor such as p-methoxyphenol and a compound of more than 100 molecular weight, which is inert to the maleimides and acrylonitrile such as 2-anilino-N-phenylsuccinimide, are

added to inhibit the precipitation of maleimides from the acrylonitrile solution and to make easy to handle even at low temperature, whereby the safe transportation and storage of the solution becomes possible in the form of a stably oversaturated solution.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio



D8

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-250346

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)10月5日

C 07 D 207/448

6742-4C

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 マレイミド類のアクリロニトリル溶液の輸送ならびに貯蔵方法

⑯ 特 願 昭63-203122

⑰ 出 願 昭63(1988)8月17日

優先権主張

⑱ 昭62(1987)12月28日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭62-329529

㉑ 発 明 者 喜 多 裕 一 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の1 日本触媒化学工業株式会社姫路研究所内

㉒ 発 明 者 岸 野 和 夫 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖922番地の1 日本触媒化学工業株式会社姫路研究所内

㉓ 発 明 者 中 川 正 一 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖922番地の1 日本触媒化学工業株式会社姫路研究所内

㉔ 発 明 者 坂 本 健 太 郎 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖922番地の1 日本触媒化学工業株式会社姫路研究所内

㉕ 出 願 人 日本触媒化学工業株式会社 大阪府大阪市東区高麗橋5丁目1番地

明 細 書

るものである。

マレイミド類は樹脂、医薬、農薬などの原料として有用な化合物であるが、本発明は取扱いが容易で安全かつ簡単なマレイミド類の輸送ならびに貯蔵方法を提供するものである。

1. 発明の名称

マレイミド類のアクリロニトリル溶液の輸送ならびに貯蔵方法

2. 特許請求の範囲

(1) マレイミド類を含有するアクリロニトリル溶液を、該溶液中の酸分が、含有されるマレイミド類に対し0.3重量%以下になるように調整し、さらに重合禁止剤およびマレイミド類とアクリロニトリルとに対して不活性な平均分子量が100以上の化合物を共存せしめて取扱うことを特徴とするマレイミド類の輸送ならびに貯蔵方法。

(従来の技術)

従来、常温で固体のマレイミド類は粉体、フレーク、タブレットなどの形状で取扱われているのが一般的である。しかしながら、このような形態のマレイミド類中にはマレイミド類の微粉末が含まれている。

とくにこのような固体状のマレイミド類の移送中、マレイミド類の粉化が進み、マレイミド類の微粉末が多量に発生する。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はマレイミド類をアクリロニトリルの溶液として輸送ないし貯蔵する方法に関する

マレイミド類そのものは人体に対して刺激性があり、特に微粉末を吸入すると鼻腔、咽喉を刺激し、咳、くしゃみが出、また皮膚に付着したまま放置すると炎症をおこすなど好ましくない性質を有している。それゆえ、このような微粉末を含有

しているマレイミド類を取扱う場合には、できるかぎり皮膚への接触をさけるよう厳重な注意を払う必要がある。

したがって、マレイミド類の輸送に際してできるだけ微粉末を発生しないようにしたり、また移送後のマレイミド類から微粉末を除去するために多大の労力を費している。

さらに、固体物質の移送は、多くの場合、紙袋、ドラム缶、コンテナなどに固体物質を充填し輸送されるが、これらの場合どうしてもマレイミド類と人体との接触が避けられず、人体にマレイミド類の微粉末が付着することは不可避である。

加えて、人体と接触しないようにするために固体物質の配管による移送は基本的にむづかしく配管移送中に管内を閉塞したりするために、これら固体物質を安定に移送するために、固体の形、大きさ、比重などにきびしい制約が課せられる。

このように、常温で固体のマレイミド類の輸送または移送方法には数々の困難な問題があると言わざるをえない。同様のことは、その貯蔵方法に

ついてもいえる。

一方、マレイミド類をアクリロニトリルの溶液として移送、輸送あるいは貯蔵する方法が特開昭62-126167号公報に開示されている。

この方法は、マレイミド類を取扱う上で上述のような問題点を解決できるという点ですぐれた方法といえる。

通常、マレイミド類のアクリロニトリル溶液はタンクローリー車、バルクコンテナ、タンク貨車、あるいはタンカーなどを用いて輸送される。

しかしながら、マレイミド類をかかるとアクリロニトリル溶液の形態で移送または輸送することはマレイミド類の輸送効率が悪い、いかえればマレイミド類単位重量当りの輸送コストが高くなるという欠点があった。

そこで、輸送コストを出来るだけ安価にするために高濃度のアクリロニトリル溶液の形で輸送することも考えられるが、アクリロニトリル溶液中のマレイミド類濃度を上げることによって、マレ

イミド類はアクリロニトリル溶液から容易に析出してしまう溶液全体がスラリー化あるいは固化してしまう、それゆえ輸送あるいは貯蔵上かえって取扱いが困難になってしまう欠点も指摘されるのである。

また、このようなマレイミド類の析出を防止するためには、アクリロニトリル溶液の輸送あるいは貯蔵のための槽あるいは輸送配管、バルブなどを高い温度で保温する必要があり、そのために非常に複雑かつ高価な保温設備を必要とするという経済的に大きな問題もひきおこす。

かかる問題は特に冬期あるいは寒冷地でのアクリロニトリル溶液での輸送にとって重大かつ致命的となるのである。そればかりか、アクリロニトリルの沸点が77.3℃(760mmHg)と低いこと、毒性が強きわめて引火性が高いということを考えるとアクリロニトリル溶液を高い温度で保持するということは安全上問題があるといわざるをえない。

そればかりか、通常用いられるマレイミド類の

アクリロニトリル溶液は金属に対する腐食性が著しく、工業用に一般に用いられる炭素鋼、ステンレス鋼などはマレイミド類-アクリロニトリル溶液と短期間接触するだけで腐食されてしまうという現象が散見される。

しかもその貯蔵中に溶液中に不溶解分が発生し、溶液全体が黒ずんでくるという現象も起り、マレイミド類がかなり変質し、商品価値を失ってしまうという問題も生じている。

かくして、マレイミド類のアクリロニトリル溶液を安定に貯蔵し輸送しうする方法が工業的に強く要望されるところとなった。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明の目的は上記問題点を解決し、金属材料を全く腐食させないだけでなく、マレイミド類のアクリロニトリル溶液の変質を防止するとともにマレイミド類をアクリロニトリルから析出させにくくすることにより、高い品質のマレイミド類の高濃度溶液を低い温度でも容易に安全かつ安価に

輸送あるいは貯蔵する方法を提供することにある。

(問題を解決するための手段)

かかる目的を達成するために、本発明者等は鋭意検討した結果、アクリロニトリルそのもの、および高純度のマレイミド類のアクリロニトリル溶液は共に全く金属に対して腐食性を有していないことを見出した。

さらに、マレイミド類中の腐食性不純物を種々検討したところ、マレイミド類中の酸成分が金属材料腐食の原因となっていることが明らかになったのである。

さらに要すべきことに、マレイミド類のアクリロニトリル溶液の安定性もマレイミド類中の酸成分の量により著しく変化することがわかったのである。

かくして、マレイミド類のアクリロニトリル溶液の金属に対する腐食性および安定性の悪さの原因がマレイミド類中の酸成分にあること、さらに、重合禁止剤の共存下においてかかる酸分の少ない

マレイミド類は極めて安定に存在しうることが判明した。

マレイミド類がスチレン等のモノマー中において、重合禁止剤の共存下でさえも容易に変質してしまうという事実からすると、このような重合性の高い化合物が安定に共存しうるということは、全く驚くべきことである。そればかりか、マレイミド類のアクリロニトリル溶液からの析出は、マレイミド類の純度が高くなればなるほど飽和溶解度付近で容易に析出してしまいが、それに対してマレイミド類のアクリロニトリル溶液中に100以上、好ましくは200~100,000の平均分子量を有し、かつマレイミド類とアクリロニトリルに対して不活性な化合物を共存させることによってマレイミド類をアクリロニトリル溶液から析出させるにすることができ、低温でも容易に取扱えるような安定な過飽和溶液を調整できるということを見出し、本発明を完成するにいたった。

高濃度のマレイミド類のアクリロニトリル溶液に比較的分子量の大きい化合物を加えることによ

り、マレイミド類の結晶化を防止させることができ、過飽和溶液として安定かつ安全に取扱えるということは全く驚くべきことであり、まさに当該溶液での取扱い上大きい進歩であると言わざるをえない。

すなわち、本発明はマレイミド類を含有するアクリロニトリル溶液を、該溶液中の酸分が、含有されるマレイミド類に対し0.3重量%以下となるように調整し、さらに重合禁止剤およびマレイミド類とアクリロニトリルに対して不活性な平均分子量が100以上の化合物を共存せしめて取扱うことを特徴とするマレイミド類の輸送ならびに貯蔵方法である。

以下、本発明を詳しく説明する。

本発明の方法により輸送ならびに貯蔵できるマレイミド類としては、例えば、N-メチルマレイミド、N-エチルマレイミド、N-ヘキシルマレイミド、N-オクチルマレイミド、N-ドデシルマレイミド、N-ベンジルマレイミド、N-シクロヘキシルマレイミド、N-フェニルマレイミド、

N-ニトロフェニルマレイミド、N-メトキシフェニルマレイミド、N-メチルフェニルマレイミド、N-カルボキシフェニルマレイミド、N-ヒドロキシフェニルマレイミド、N-クロルフェニルマレイミド、N-ジメチルフェニルマレイミド、N-ジクロルフェニルマレイミド、N-ブロムフェニルマレイミド、N-ジブロムフェニルマレイミド、N-トリクロルフェニルマレイミド、N-トリブロムフェニルマレイミドなどが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

マレイミド類中に存在する酸成分とは、マレイミド類製造時において使用される酸触媒、たとえば硫酸、p-トルエンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、オルソリン酸、ピロリン酸、メタリン酸、トリクロロ酢酸等の無機あるいは有機酸またはマレイミド類製造時に副生する不純物、たとえばマレイン酸、フマル酸、マレインアミド酸、フマルアミド酸等である。

また無水酢酸等のカルボン酸無水物を用いてマレイミド類を脱水環化する方法によりマレイミド

類を製造する場合には、生成水との反応により副生する酢酸も製品のマレイミド類の中に含まれる。これらの酸成分は通常マレイミド類の精製法によってもちがうが、製品マレイミド類中通常0.01～5重量%の範囲で存在している。

マレイミド類のアクリロニトリル溶液による金属の腐食を防止するためには、マレイミド類中のこれら酸成分を0.3重量%以下にしなければならぬ。マレイミド類中の酸成分を減少せしめる方法としては、マレイミド類の十分なる水洗により酸成分を除去する方法、マレイミド類製造時ににおいて反応条件を選択することにより酸性不純物の副生を抑制する方法、などがある。

しかしながら、マレイミド類の製造方法としてマレインアミド酸を無水酢酸を用いて脱水イミド化する方法、アクリロニトリル中マレインアミド酸を無水酢酸を用いて脱水イミド化する方法など、これら無水酢酸を用いる方法は、十分な水洗あるいはアルカリ洗浄を行っても製品マレイミド類中の酸成分を0.3%以下にすることはきわめてむづか

しく、その安定な貯蔵を工業的に行うにはなお問題がある。むしろ、有機溶媒中で酸触媒を用いて合成せしめる方法により、製造したマレイミド類の方が酸成分の除去が容易であり好ましい。さらに好ましい実施態様としては、このように製造したマレイミド類を水洗したのち、さらに蒸留することにより高純度に精製せしめる方法が挙げられるが、酸成分の除去法としてはこれらに限定されるものではない。

固体状のマレイミド類をアクリロニトリルに溶解させるに際し用いられる適合禁止剤としては例えば、メトキシベンゾキノン、p-メトキシフェノール、フェノチアジン、ヒドロキノン、アルキル化ジフェニルアミン類、メチレンブルー、tert-ブチルカテコール、tert-ブチルヒドロキノン、ジメチルジチオカルバミン酸亜鉛、ジメチルジチオカルバミン酸銅、ジブチルジチオカルバミン酸銅、サリチル酸銅、チオジプロピオン酸エステル類、メルカプトベンズイミダゾール、トリフェニルホスファイト類、アルキルフェノール類、

アルキルビスフェノール類、ヒンダードフェノール類などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。その使用量はマレイミド類のアクリロニトリル溶液に対して0.0001～1.0重量%、好ましくは0.001～0.5重量%である。尚、重合禁止剤の種類については、製造する重合体の種類、重合の方法、使用する開始剤などを勘案して選択される。例えば、ABS樹脂、AS樹脂等のスチレン系樹脂において、最終製品として白色度の高い重合体が望まれる場合には、重合禁止剤としてヒンダードフェノール類が有効である。

この理由は明らかでないが、当該化合物がマレイミド類のアクリロニトリル溶液の存在中あるいは重合中などにおいて生成する最終製品着色性不純物の発生を効果的に抑制する作用を有しているためと考えられる。

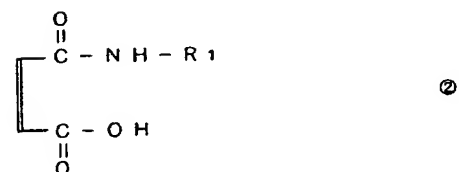
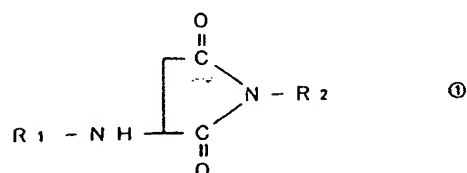
アクリロニトリル溶液中に共存させるべき化合物は、アクリロニトリルあるいはマレイミド類と反応しない不活性なもので平均分子量が100以上、好ましくは200～100,000の範囲のものであ

ればよい。

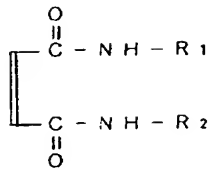
具体的な例としては、以下のものがあげられる。

(a) アクリロニトリル、マレイミド類、スチレン、メチルスチレン、エチルスチレン、ブタジエン、メタクリル酸エステル類、アクリル酸エステル類からなる群から選ばれた少なくとも1種からなるオリグマーおよび/またはポリマー。

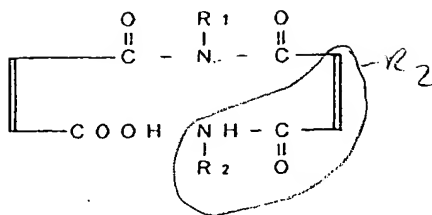
(b) 次式①から④で示される化合物



特開平1-250346 (5)



③



④

(ただし、式中R₁、R₂は水素、炭素数1～20のアルキル基、フェニル基、ベンジル基、シクロヘキシル基、ピリジル基、キノリル基およびこれらの基にハロゲン置換、カルボキシ基置換、ニトロ基置換のあるものの中から選ばれるものである。)

などがあげられるが、これらに限定されるもので

とももちろんである。

マレイミド類をアクリロニトリルへ溶解させる温度はアクリロニトリルの沸点以下であることが好ましく、アクリロニトリルが高い蒸気圧を有するところから通常40～60℃で溶解が行なわれ、しかるのち-10～50℃の範囲において取扱われる。

なお、溶解方法については、基本的にいずれの方法も採用できるが、マレイミド類と当該化合物にアクリロニトリルを投入してもよいし、アクリロニトリル中に当該化合物およびマレイミド類を溶解させてもよい。この時使用するマレイミド類は固体でもよいし、液体でもよい。

さらに、好ましい実施形態においては、アクリロニトリルのオリゴマーおよび／あるいはポリマーを含有するアクリロニトリルにマレイミド類を溶解させる方法などが考えられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

マレイミド類のアクリロニトリル溶液中の濃度は溶液を取扱う温度、当該化合物の添加量等によ

はない。

当該化合物の使用量はアクリロニトリル溶液中のマレイミド類に対して0.01～20重量%、好ましくは0.1～10重量%である。

当該化合物の効果としては、その種類および添加量によっても異なるが、概して当該化合物1重量%の添加量により約5～40℃にわたってアクリロニトリル溶液からのマレイミド類の析出温度を低くすることができる。

0.01重量%未満の添加は効果が低く、逆に20重量%を超える量の添加は重合時において重合反応がすみやかに進行せず、さらに最終の重合体の物性を損うという問題がある。

また、重合禁止剤そのものが100以上の分子量を有しておりかつ溶液中への大量の添加が許容出来る場合には、当該重合禁止剤単独の添加により目的を達成しうるとは言うまでもない。

なお、当該化合物の種類および量もアクリロニトリル溶液を使用してなる最終重合体の種類、重合の方法、重合条件などを勘案して選択されるこ

とて決められるが、通常アクリロニトリル溶液中マレイミド類濃度が高いほど輸送コストが安価になることから40～90重量%の濃度が好ましい。

(発明の効果)

以上本発明について説明したが、本発明によりえられる利点は以下のとおりである。すなわち、

(1) マレイミド類を人体へ直接接点させることなく液体として容易に吸入、輸送、貯蔵が簡単で安全である。

(2) 高濃度のマレイミド類を低い温度で、マレイミド類を析出させることなく安定かつ安全に取扱うことができる。

(3) 高濃度のマレイミド類の輸送および貯蔵が容易にできるため輸送、貯蔵コストが安価である。

(4) 高濃度のマレイミド類を安定かつ安全に取扱うことができるため、当該溶液を用いてマレイミド類含有量の高い最終重合物を得ることができる。

特開平1-250346(6)

(5) 汎用の工業材料である炭素鋼、ステンレス鋼が貯蔵容器として使用できるため、取扱い設備の費用が安価である。また、これら溶液の輸送に要するタンクローリー、タンク貨車、タンカー、バルクコンテナ等に特殊な材質のものを必要とせず、汎用に使われているものを使用できるため安価に輸送できる。このように、本発明方法をもってすればマレイミド類を安価にかつ安全に製造供給出来るのである。

(実 施 例)

以下、本発明を実施例によってさらに詳しく説明する。

実施例 1

攪拌機と冷却管を取付けた500ccのフラスコ中に、下記組成に調整したN-フェニルマレイミド200g、アクリロニトリル100g、p-メトキシフェノール10gを加えた。

50℃で30日間保持したところ、保持後の溶液の透明度は変わらず、溶液中に全く異物は見られなかった。また、炭素鋼テストピースに全く腐食は見られなかった。

続いて、この溶液から減圧下でアクリロニトリルを蒸発留去させたところ、彩やかな黄色の結晶をえた。

このものの純度を液体クロマトグラフィーで測定したところ、99.6重量%、全く変化は見られなかった。

比較例 1

実施例1において下記組成のN-フェニルマレイミドを用いた以外は全く同様にした。

N-フェニルマレイミド組成

N-フェニルマレイミド	99.1重量%
2-アニリノーN-フェニルスクシンイミド (分子量266)	0.05 "

N-フェニルマレイミド組成

N-フェニルマレイミド	99.6重量%
2-アニリノーN-フェニルスクシンイミド (分子量266)	0.3 "
N-フェニルマレインアミド酸 (分子量191)	0.1 "
全酸分量(N-フェニルマレインアミド酸のみ)	0.1 "

水浴温度を調整し、内温を50℃としたところ、すみやかに溶解し、完全に澄明な黄色のアクリロニトリル溶液がえられた。

この溶液の飽和溶解温度は、45℃であるが、この溶液を25~30℃にまで冷却してもN-フェニルマレイミドの結晶の析出は見られず、また、この温度範囲ではげしく攪拌しても安定であった。

さらに、水浴温度を調整し、20mm×40mm×2mm大きさの炭素鋼テストピースを入れて内温

N-フェニルマレイミド ポリマー(注)	0.4 "
N-フェニルマレインアミド酸 (分子量191)	0.1 "
リン酸	0.15 "
マレイン酸	0.20 "
酸成分割合計	0.45 "

この溶液を冷却していったところ30℃においてはじめて結晶の析出が見られた。

ちなみに、この溶液の飽和溶解温度は45℃であった。

さらに、実施例1と同様にこの溶液を50℃で30日間保存したところ溶液は黄褐色に変化し、不溶解物が多量に生成し、全く澄明性を失っていた。

さらに、炭素鋼テストピースの表面は初期の金属光沢を失っており、明らかに腐食が見られた。

次に、この溶液からアクリロニトリルを留去させたところ、黄褐色の固体をえた。

特開平1-250346(7)

液体クロマトグラフィーによる分析の結果、このものの純度は97.3重量%であり、明らかに変質していることがわかった。

注) 20gのN-フェニルマレイミドの結晶を350ccのメタノールに25℃で溶解せしめ、0.45μmの孔径を有する濾紙で濾過後乾燥して測定した。

実施例 2

実施例1において重合禁止剤をp-メトキシフェノール10gに加えて、トリエチレングリコールビス(3-(3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート)0.5gを追加した。この溶液を冷却していったところ、25℃ではじめてN-フェニルマレイミドの結晶が析出した。

なお、この溶液の飽和溶解温度は45℃であった。さらに、この溶液を30℃ではげしく攪拌しても安定であり、全く結晶の析出は見られなかった。

2-アニリノ-N-フェニルスクシンイミド	0.05 "
(分子量266)	
N-フェニルマレイミド	0.4 "
ポリマー	
(メタノール不溶解分)	
N-フェニルマレインアミド酸	0.05 "
酸成分量合計	
(N-フェニルマレインアミド酸)	0.05 "

この溶液の飽和溶解温度は45℃であるが、この溶液を30℃に冷却してはじめて結晶の析出が見られた。

さらに、50℃で30日間保持したのち、溶液からアクリロニトリルを留出せしめ、N-フェニルマレイミド純度を測定したところ99.5重量%であり、全く変質は見られなかった。

さらに、水浴温度を調整し、20mm×40mm×2mmの大きさの炭素鋼テストピースを入れて内温50℃で90日保持したところ、保持後の溶液の透明度は変わらず、溶液中に全く異物は見られなかった。炭素鋼の腐食も見られなかった。

続いて、この溶液から減圧下でアクリロニトリルを留去させたところ、彩やかな黄色の結晶をえた。

このものの純度を液体クロマトグラフィーで測定したところ、99.6重量%であり、全く変質は見られなかった。

(ただし、重合禁止剤を含まない純度に換算した。)

実施例 3

実施例1において下記組成に調整したN-フェニルマレイミドを用いた以外は全く同様にした。

N-フェニルマレイミド組成	
N-フェニルマレイミド	99.5重量%

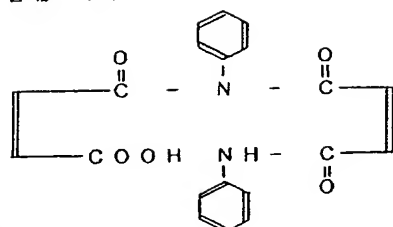
実施例 4~6

下記組成に調整したN-フェニルマレイミドをp-メトキシフェノール、tert-ブチルカテコール、2,4ビス-(n-オクチルチオ)-6-(4-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルアニリノ)1,3,5-トリアジン各々0.02、0.01、0.1重量%の共存下アクリロニトリルに溶解せしめ、各々の濃度において60℃、30日間保存し、保存後の析出温度とN-フェニルマレイミドの純度を測定し得られた結果を第1表に示した。

N-フェニルマレイミド組成	
N-フェニルマレイミド	98.5重量%
2-アニリノ-N-フェニルスクシンイミド	0.5 "
(分子量266)	
N-フェニルマレインアミド酸 (分子量191)	0.1 "
化合物 (A) *	0.9 "
(分子量364)	

特開平1-250346(8)

化合物 (A)



酸成分量合計

0.1 %

実施例 7 ~ 16

実施例 4 ~ 6 において用いたと同じ組成に調整した N-フェニルマレイミド 200 g と p-メトキシフェノール 0.003 重量% 対溶液およびもう 1 つの重合禁止剤の種類と量を加えて、アクリロニトリル 100 g に溶解せしめ、60℃、30日間保存し、保存後の析出温度と N-フェニルマレイミドの純度を測定しえられた結果を第 2 表に示した。

第 1 表

実施例	アクリロ ニトリル (g)	N-フェニル マレイミド (g)	飽和温度 (℃)	析出温度 (℃)	純度 (重量%) (注)
4	170	200	32	3	98.5
5	100	200	45	27	98.5
6	80	200	50	34	98.5

(注) ただし、重合禁止剤を含まない純度に換算した。

第 2 表

No	重合禁止剤	量 (重量% 対溶液)	保 存 前		保 存 後		析出温度 (℃)
			N-フェニルマ レイミド純度 (重量%)	溶液外観	N-フェニルマ レイミド純度 (*) (重量%)	溶液外観	
7	トリエチレングリコール-ビス (3-(3- <i>t</i> -ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート)	0.001	98.5	澄明	98.5	澄明	30
8	1,6-ヘキサジオール-ビス (3-(3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート)	0.01	"	"	"	"	29
9	ペンタエリスリチル-テトラキス (3-(3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート)	0.1	"	"	"	"	25
10	2,2-チオ-ジエチレン-ビス (3-(3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート)	0.05	"	"	"	"	27
11	オクタデシル-3-(3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート	"	"	"	"	"	27
12	2,2-チオビス (4-メチル-6- <i>t</i> -ブチルフェノール)	"	"	"	"	"	27
13	N,N'-ヘキサメチレン-ビス (3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシ-ヒドロキシナミド)	"	"	"	"	"	25
14	3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシ-ベンジルフォス フォネート-ジエチルエステル	"	"	"	"	"	23
15	1,3,5-トリメチル-2,4,6-トリス (3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシベンジル) ベンゼン	"	"	"	"	"	21
16	トリス-(3,5-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシベンジル) -イソシアヌレート	"	"	"	"	"	27

(*) 重合禁止剤を含有しない値に換算した。

特開平1-250346(9)

比較例 2 ~ 4

下記組成をもつ N-フェニルマレイミドを用いて析出温度を測定した。結果を第 3 表に示す。

さらに、これら比較例 2 ~ 4 の溶液を 60℃で 30 日間保存したところ、保存前澄明であったものが白濁し溶液の粘度も上昇して明らかに重合していることがわかった。

N-フェニルマレイミド組成

N-フェニルマレイミド 99.9 重量 %
無 水 マ レ イ ン 酸 0.1 %
(分子量 98)

特許出願人 日本触媒化学工業株式会社

第 3 表

比較例	アクリロ ニトリル (g)	N-フェニル マレイミド (g)	飽和温度 (℃)	析出温度 (℃)
2	100	120	32	32
3	"	200	45	45
4	"	250	55	55

